

Garam bahan baku untuk garam konsumsi beriodium



© BSN 2017

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

| | |
|------------------------------|----|
| Daftar isi..... | i |
| Prakata | ii |
| 1 Ruang lingkup..... | 1 |
| 2 Acuan normatif..... | 1 |
| 3 Istilah dan definisi | 1 |
| 4 Persyaratan mutu | 1 |
| 5 Pengambilan contoh | 2 |
| 6 Persiapan contoh uji | 2 |
| 7 Cara uji | 2 |
| 8 Syarat lulus uji | 10 |
| 9 Penandaan | 11 |
| 10 Pengemasan..... | 11 |
| Bibliografi..... | 12 |



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 4435:2017, *Garam bahan baku untuk garam konsumsi beriodium* ini merupakan SNI revisi dari SNI 01-4435-2000, *Garam bahan baku untuk industri garam beryodium*.

Standar ini direvisi pada syarat mutu dengan meningkatkan persyaratan uji sesuai dengan perkembangan perdagangan. Adapun tujuan revisi standar ini adalah:

1. Melindungi petani garam, produsen garam dan konsumen;
2. Mendukung perkembangan industri.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 71-01 Teknologi Kimia dan telah dibahas melalui rapat teknis, dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 21 Oktober 2013 di Bogor yang dihadiri oleh wakil-wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 21 Januari 2015 sampai dengan 23 Maret 2015 dengan hasil terdapat *negative vote*, selanjutnya pembahasan hasil jajak pendapat oleh Komite Teknis 71-02 Garam dilakukan pada tanggal 26 Juli 2016 dan dilakukan pemungutan suara pada tanggal 2 Desember 2016 sampai dengan 3 Februari 2017 kemudian dibahas dalam rapat pembahasan hasil pemungutan suara pada tanggal 20 April 2017.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Garam bahan baku untuk garam konsumsi beriodium

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji garam bahan baku berbentuk kristal yang harus dipenuhi oleh industri untuk memproduksi garam konsumsi beriodium.

2 Acuan normatif

Dokumen acuan berikut diperlukan untuk aplikasi standar ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi yang disebutkan yang digunakan. Untuk acuan yang tidak bertanggal, acuan yang digunakan adalah edisi yang terakhir (termasuk setiap amandemen).

SNI 0428, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*

3 Istilah dan definisi

3.1

garam bahan baku untuk garam konsumsi beryodium

garam yang komponen utamanya natrium klorida (NaCl) yang digunakan sebagai bahan baku untuk garam konsumsi beriodium

4 Persyaratan mutu

Persyaratan mutu garam bahan baku untuk garam konsumsi beriodium sesuai Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 - Persyaratan mutu garam bahan baku untuk garam konsumsi beriodium

| No | Parameter uji | Satuan | Persyaratan | | |
|--|--|-----------------|---|---|--|
| | | | Kualitas K1 | Kualitas K2 | Kualitas K3 |
| 1 | Keadaan: - Bau - Warna | - - | normal, tidak berbau putih normal | normal, tidak berbau putih sampai putih kecoklatan | normal, tidak berbau selain warna K1 dan K2 |
| 2 | Natrium Klorida (NaCl), adbk | fraksi massa, % | min. 94 | min. 90 | min. 85 |
| | Natrium Klorida (NaCl), adbb | fraksi massa, % | min. 87 | min. 83 | min. 78 |
| 3 | Kadar air (H ₂ O) | fraksi massa, % | maks. 7 | maks. 7 | maks. 7 |
| 4 | Bagian yang tidak larut dalam air, adbk | fraksi massa, % | maks. 0,5 | maks. 0,75 | maks. 1,00 |
| 5 | Cemaran logam | | | | |
| 5.1 | Timbal (Pb) | mg/kg | maks. 10,0 | maks. 10,0 | maks. 10,0 |
| 5.2 | Kadmium (Cd) | mg/kg | maks. 0,5 | maks. 0,5 | maks. 0,5 |
| 5.3 | Raksa (Hg) | mg/kg | maks. 0,1 | maks. 0,1 | maks. 0,1 |
| 5.4 | Arsen (As) | mg/kg | maks. 0,1 | maks. 0,1 | maks. 0,1 |
| CATATAN 1 fraksi massa adalah bobot/bobot. CATATAN 2 adbk adalah atas dasar berat kering. CATATAN 3 adbb adalah atas dasar berat basah. | | | | | |

5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.

6 Persiapan contoh uji

Ambil 300 g contoh, haluskan dan tempatkan dalam wadah kaca yang bersih dan kering untuk dijadikan sebagai contoh uji organoleptik dan kimia.

7 Cara uji

7.1 Keadaan

7.1.1 Bau

7.1.1.1 Prinsip

Melakukan analisa terhadap contoh uji secara organoleptik dengan menggunakan hidung sebagai indra penciuman.

7.1.1.2 Prosedur

- Ambil contoh uji sebanyak 50 g dan letakkan diatas cawan petri yang bersih dan kering;
- Cium contoh uji untuk mengetahui baunya;
- Lakukan pengerjaan minimal oleh tiga panelis terlatih atau satu orang tenaga ahli.

7.1.1.3 Cara menyatakan hasil

- Jika tidak tercium bau maka hasil dinyatakan normal;
- Jika tercium bau maka hasil dinyatakan tidak normal.

7.1.2 Warna

7.1.2.1 Prinsip

Melakukan analisa terhadap contoh uji secara organoleptik dengan menggunakan mata sebagai indra penglihat.

7.1.2.2 Prosedur

- Ambil contoh uji sebanyak 50 g dan letakkan di atas cawan petri yang bersih dan kering.
- Amati contoh uji untuk mengetahui warnanya;
- Lakukan pengerjaan minimal oleh tiga panelis terlatih atau satu orang tenaga ahli.

7.1.2.3 Cara menyatakan hasil

- Jika terlihat warna putih normal maka hasil dinyatakan kualitas K1;
- Jika terlihat warna putih sampai putih kecoklatan maka hasil dinyatakan kualitas K2;
- Jika terlihat warna tidak sesuai dengan warna K1 dan K2 dinyatakan sebagai kualitas K3.

7.2 Kadar natrium klorida (NaCl)

7.2.1 Prinsip

Pembentukan endapan AgCl menggunakan AgNO_3 dengan petunjuk kalium kromat dalam larutan netral atau sedikit basa.

7.2.2 Pereaksi

- Larutan perak nitrat, AgNO_3 0,1 N
17 g AgNO_3 dilarutkan dalam 1.000 ml air suling;
- Indikator kalium kromat, K_2CrO_4 5%
5 g K_2CrO_4 dilarutkan dalam 100 ml air suling;
- Larutan asam sulfat, H_2SO_4 1 N
Tuangkan sedikit demi sedikit 7 ml H_2SO_4 pekat (H_2SO_4 95% - 97%, bj 1,84) ke dalam gelas piala 300 ml yang berisi 100 ml air suling. Pindahkan ke dalam labu ukur 250 ml, dan encerkan sampai tanda garis.
- Larutan natrium hidroksida, NaOH 4 N
160 g NaOH dilarutkan dengan air suling dalam gelas piala 300 ml. Tuangkan ke dalam labu ukur 1.000 ml, encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- Larutan indikator fenolftalin
0,1 g fenolftalin dilarutkan dengan alkohol 70% dalam labu ukur 100 ml sampai tanda garis dan kocok sampai homogen.

7.2.3 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Buret dengan ketelitian 0,1 ml;
- Erlemeyer 250 ml;

- d. Labu ukur 500 ml;
- e. Pipet volumetrik 10 ml;
- f. Gelas piala.

7.2.4 Cara uji

- a. Timbang contoh uji ± 50 g, tambahkan air suling 200 ml, aduk kemudian saring dan tampung dalam labu 500 ml, bilas dengan air suling dan tepatkan hingga tanda garis (larutan A);
- b. Pipet 2 ml larutan A ke dalam Erlenmeyer 250 ml;
- c. Asamkan dengan beberapa tetes H_2SO_4 1 N sampai larutan bereaksi asam terhadap indikator fenolftalin;
- d. Netralkan dengan NaOH 4 N;
- e. Encerkan dengan air suling sampai 100 ml;
- f. Tambahkan 1 ml larutan K_2CrO_4 5 %; dan
- g. Titrasi dengan larutan AgNO_3 0,1 N sampai terbentuk warna merah bata.

7.2.5 Perhitungan

7.2.5.1 Perhitungan kadar NaCl bahan asal (adbb)

$$\text{Kadar NaCl bahan asal (\%)} = \frac{V \times N \times fp \times 58,5}{W} \times 100$$

Keterangan:

- V adalah volume AgNO_3 yang diperlukan pada penitaran, yang dinyatakan dalam mililiter (ml);
- N adalah normalitas AgNO_3 ;
- fp adalah faktor pengenceran;
- 58,5 adalah bobot molekul NaCl;
- W adalah bobot contoh uji, yang dinyatakan dalam milligram (mg).

7.2.5.2 Perhitungan kadar NaCl atas dasar bahan kering

$$\text{Kadar NaCl (adbk) (\%)} = \frac{100 \times X}{100 - \text{kadar air}}$$

Keterangan:

- X adalah kadar NaCl bahan asal yang dinyatakan dalam persen (%).

7.3 Kadar air

7.3.1 Prinsip

Kadar air dihitung berdasarkan bobot yang hilang selama pemanasan dalam oven pada temperatur $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$.

7.3.2 Peralatan

- a. Oven dengan ketelitian 1°C ;
- b. Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- c. Desikator yang berisi *silica gel*;
- d. Cawan petri.

7.3.3 Cara uji

- Panaskan cawan petri beserta tutupnya dalam oven pada temperatur $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$ selama lebih kurang satu jam dan dinginkan dalam desikator selama 20 menit sampai dengan 30 menit, kemudian timbang dengan neraca analitik (cawan petri dan tutupnya) (W_0);
- Masukkan 20 g contoh ke dalam cawan, tutup dan timbang (W_1);
- Panaskan cawan yang berisi contoh tersebut dalam keadaan terbuka dengan meletakkan tutup cawan di samping cawan di dalam oven pada temperatur $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$ selama dua jam;
- Tutup cawan ketika masih di dalam oven, pindahkan segera ke dalam desikator dan dinginkan selama 20 sampai dengan 30 menit kemudian timbang;
- Lakukan pemanasan kembali selama satu jam dan ulangi kembali penimbangan sehingga diperoleh bobot tetap (W_2); dan
- Hitung kadar air dalam contoh.

7.3.4 Perhitungan

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100$$

Keterangan:

- W_0 adalah bobot cawan kosong dan tutupnya, dinyatakan dalam gram (g);
 W_1 adalah bobot cawan, tutupnya dan contoh sebelum dikeringkan, dinyatakan dalam gram (g);
 W_2 adalah bobot cawan, tutupnya dan contoh sesudah dikeringkan, dinyatakan dalam gram (g).

7.4 Bagian yang tidak larut dalam air

7.4.1 Prinsip

Contoh uji dilarutkan dalam air suling dan disaring menggunakan penyaring gelas, kemudian dikeringkan dan ditimbang sebagai bagian yang tidak larut dalam air.

7.4.2 Pereaksi

Larutan perak nitrat (AgNO_3) 5 g/l.

Larutkan 0,5 g AgNO_3 dengan air suling dalam labu ukur 100 ml, tambahkan 10 ml larutan asam nitrat pekat (HNO_3 , b.j = 1,40 g/ml) Encerkan dengan air suling dan tepatkan sampai tanda garis.

7.4.3 Peralatan

- Oven $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$;
- Neraca analitik dengan ketelitian 0, 1 mg;
- Desikator berisi *silica gel*;
- Gelas piala 600 ml;
- Pengaduk;
- Pemanas (*heater*);
- Penyaring gelas dengan diameter sekitar 30 mm dan porositas setara P10 atau P16 (indeks ukuran pori 4 μm sampai 16 μm).

7.4.4 Prosedur

- Timbang 100 g contoh uji (W), masukkan ke dalam gelas piala berukuran 600 ml;
- Tambahkan 350 ml air suling dan larutan dipanaskan sampai mendidih selama 30 menit sambil diaduk;
- Setelah contoh larut semua, larutan didinginkan sampai suhu $\pm 20^\circ\text{C}$;
- Keringkan penyaring gelas dalam oven pada suhu $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$ selama 60 menit dan dinginkan dalam desikator selama (20 - 30) menit kemudian timbang sebagai bobot kosong (W_0);
- Saring larutan dengan melewati larutan melalui penyaring gelas dengan alat penghisap (vakum);
- Cuci endapan dalam penyaring gelas dengan menggunakan air suling 20 ml sebanyak 5 kali, sampai bebas klorida.

CATATAN Pengujian bebas klorida dilakukan dengan cara ambil ± 10 ml larutan filtrasi, tambahkan 10 ml larutan AgNO_3 5 g/l, jika larutan jernih berarti sudah bebas klorida.

- Keringkan penyaring gelas beserta isinya dalam oven pada suhu $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$ selama 60 menit dan dinginkan dalam desikator selama (20 - 30) menit kemudian timbang sebagai bobot sesudah pengeringan (W_1);
- Hitung bagian yang tidak larut dalam air.

7.4.5 Perhitungan

$$\text{Bagian yang tidak larut dalam air (\%)} = \frac{W_1 - W_0}{W} \times 100$$

Keterangan:

- W adalah bobot contoh uji dinyatakan dalam gram (g);
 W_0 adalah bobot kosong penyaring gelas, dinyatakan dalam gram (g);
 W_1 adalah bobot akhir penyaring gelas, dinyatakan dalam gram (g).

7.5 Cemaran logam

7.5.1 Kadmium (Cd) dan timbal (Pb)

7.5.1.1 Prinsip

Contoh uji dilarutkan dengan air suling dan dianalisis menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang maksimal 228,8 nm untuk kadmium (Cd) dan 283,3 nm untuk timbal (Pb).

7.5.1.2 Pereaksi

- Larutan asam nitrat, HNO_3 pekat (65 %, bj 1,4);
- Air suling dengan dua kali penyulingan;
- Larutan baku 1.000 $\mu\text{g/ml}$ Cd dan Pb
 Larutkan 1 g Cd dan begitu juga untuk larutan standar Pb dengan 7 ml HNO_3 pekat dalam gelas piala 250 ml, masukkan ke dalam labu ukur 1.000 ml encerkan dengan air suling dan impitkan sampai tanda garis. Alternatif lain, bisa digunakan larutan baku Cd dan atau Pb 1.000 $\mu\text{g/ml}$ siap pakai;
- Larutan baku 50 $\mu\text{g/ml}$ Cd dan Pb
 Pipet 5 ml larutan baku 1.000 $\mu\text{g/ml}$ Cd atau Pb ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan air suling dan impitkan sampai tanda garis. Kocok sampai homogen. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi Pb dan Cd 50 $\mu\text{g/ml}$;

e. Larutan baku kerja Cd dan Pb

Pipet ke dalam labu ukur 100 ml masing-masing 0 ml ; 0,2 ml ; 0,5 ml ; 1 ml ; 2 ml ; 3 ml ; dan 4 ml larutan baku 50 µg/ml , kemudian tambahkan 5 ml larutan HNO₃ 1 N atau HCl 6 N encerkan dengan air suling dan impitkan sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini mempunyai konsentrasi 0 µg/ml ; 0,1 µg/ml ; 0,25 µg/ml ; 0,5 µg/ml ; 1,0 µg/ml ; 1,5 µg/ml ; dan 2,0 µg/ml Cd dan Pb.

7.5.1.3 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) lengkap dengan lampu Cd dan Pb;
- Pipet volumetri atau mikro buret;
- Labu ukur 100 ml ;
- Gelas ukur;
- Gelas piala 400 ml

7.5.1.4 Cara uji

- Timbang dengan teliti 10 g contoh uji, masukkan ke dalam piala gelas 400 ml . Larutkan dengan 100 ml air suling, asamkan dengan HNO₃ pekat sampai pH <2, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml , impitkan dengan air suling dan tepatkan sampai tanda garis dan dikocok;
- Siapkan larutan blanko (tanpa contoh) dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh uji;
- Baca absorbans larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum sekitar 228,8 nm untuk Cd dan 283,3 nm untuk Pb;
- Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/ml) sebagai sumbu x dan absorbans sebagai sumbu Y;
- Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- Hitung kandungan logam (Cd dan Pb) dalam contoh.

7.5.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar logam Pb atau Cd (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter (µg/ml);

V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (ml);

W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g);

fp adalah faktor pengenceran.

7.5.1.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan deviasi (RSD) maksimal 16 %. Jika RSD lebih besar dari 16 %, maka analisa harus diulang.

7.5.2 Raksa (Hg)**7.5.2.1 Prinsip**

Pelarutan contoh dalam campuran air suling, natrium klorat, dan asam klorida. Oksidasi dengan klorin mengubah semua bentuk merkuri menjadi ion merkuri (II). Reaksi antara senyawa merkuri SnCl₂ dalam keadaan asam akan membentuk gas atomik Hg. Jumlah Hg

yang terbentuk sebanding dengan absorbansi Hg yang dibaca menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) tanpa nyala pada panjang gelombang maksimum 253,7 nm.

7.5.2.2 Perekasi

- Natrium klorida yang kandungan merkuri kurang dari 20 µg/kg;
- Asam klorida, HCl 6 mol/l (campuran azeotropik)
Tambahkan sedikit demi sedikit 5 ml H₂SO₄ pekat ke dalam 500 ml air suling campurkan dengan 500 ml HCl pekat (37%);
- Larutan natrium klorat, NaClO₃ 100 g/ml
100 g NaClO₃ dilarutkan dengan air suling dalam labu ukur 1.000 ml dan impitkan sampai tanda garis;
- Larutan kalium dikromat, K₂Cr₂O₇ 4 g/ml
Larutkan 4 g kalium dikromat dalam gelas piala 1.000 ml dengan 500 ml air suling, tambahkan 500 ml asam nitrat, HNO₃ pekat (65 %). Tuangkan ke labu ukur 1.000 ml, encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- Timah (II) klorida, SnCl₂·2H₂O 100 g/ml
Larutkan 25 g timah (II) klorida dihidrat dengan 50 ml HCl pekat (37 %) hangat dalam gelas piala 300 ml. Sesudah dingin, tambahkan 1 g - 2 g logam timah. Encerkan dengan air suling dalam labu ukur 250 ml sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- Larutan hidroksilamonium klorida, NH₂OH·HCl 100 g/ml
10 g NH₂OH·HCl dilarutkan dengan air suling dalam labu ukur 100 ml, encerkan sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- Larutan baku Hg 1.000 mg/ml Larutkan 1,354 g merkuri (II) klorida (HgCl₂) dalam 50 ml asam klorida dan tambahkan 50 ml larutan kalium dikromat. Pindahkan ke dalam labu ukur 1.000 ml, encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Simpan larutan ini di tempat yang dingin dan gelap. Larutan ini hanya bertahan dua bulan. Alternatif lain dapat menggunakan larutan baku Hg 1.000 µg/ml siap pakai;
- Larutan baku 1 µg/ml Hg
Pipet 1 ml larutan baku 1.000 µg/ml Hg ke dalam labu ukur 1.000 ml, tambahkan 50 ml larutan kalium dikromat, encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- Larutan baku kerja Hg
Pipet masing-masing 0 ml ; 0,5 ml ; 1,0 ml ; 1,5 ml ; 2,0 ml ; dan 3 ml larutan baku 1 µg/ml Hg ke dalam erlemeyer 100 ml.

7.5.2.3 Peralatan

- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) yang dilengkapi dengan lampu katoda Hg dan generator uap hidrida (HVG);
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Erlemeyer 100 ml;
- Pipet volumetri atau mikro buret;
- Pemanas (*heater*);
- Labu ukur 100 ml.

7.5.2.4 Cara uji

- Timbang 10 g contoh uji, larutkan dengan 30 ml air suling dalam erlemeyer 100 ml tambahkan 4 buah batu didih, 4 ml larutan HCl dan 3 ml larutan natrium klorat. Panaskan sampai mendidih selama 5 menit. Sesudah dingin tuangkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- Siapkan larutan blanko dan larutan kerja Hg dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama dengan contoh uji;

- c. Pipet larutan kerja, larutan blanko dan larutan contoh masing-masing 10 ml ke dalam botol reaksi, tambahkan 3 ml larutan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$, encerkan dengan air suling sampai tanda garis (60 ml) dan tambahkan 2 ml larutan SnCl_2 ;
- d. Baca absorbansi larutan kerja baku dan larutan contoh terhadap blanko dengan menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum 253,7 nm;
- e. Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/ml}$) sebagai sumbu X dan absorbansi sebagai sumbu Y;
- f. Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi;
- g. Hitung kadar Hg.

7.5.2.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan Hg (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter ($\mu\text{g/ml}$);

V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (ml);

W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g);

fp adalah faktor pengenceran.

7.5.3 Arsen (As)

7.5.3.1 Prinsip

Contoh didestruksikan dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan NaBH_4 atau SnCl_2 sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang 193,7 nm.

7.5.3.2 Pereaksi

- a. Natrium hidroksida, NaOH ;
- b. Asam klorida, HCl pekat (37 %);
- c. Natrium boronhidrida, NaBH_4
Larutkan 3 g NaBH_4 dan 3 g NaOH dengan air suling dalam labu ukur 500 ml, encerkan dan impitkan sampai tanda garis;
- d. Asam klorida, HCl 8 M
Larutkan 66 ml HCl 37 % ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan air suling sampai tanda garis;
- e. Timah (II) klorida, $\text{SnCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$ 10 %
Timbang 50 g $\text{SnCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$ ke dalam gelas piala 200 ml, tambahkan 100 ml HCl 37 %. Panaskan hingga larutan jernih dan dinginkan. Masukkan ke dalam labu ukur 500 ml, encerkan dengan air suling dan impitkan sampai tanda garis;
- f. Kalium iodida, KI 20 %
Timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan air suling, dan impitkan sampai tanda garis (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan);
- g. Larutan baku 1.000 $\mu\text{g/ml}$ As
Larutkan 1,3203 g As_2O_3 kering dengan sedikit NaOH 20% dan netralkan dengan HCl atau HNO_3 1:1. Masukkan ke dalam labu ukur 1.000 ml dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Alternatif lain dapat menggunakan larutan baku 1.000 $\mu\text{g/ml}$ As siap pakai;

- h. Larutan baku 100 µg/ml As
Pipet 10 ml larutan baku arsen 1.000 µg/ml ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air suling hingga tanda garis;
- i. Larutan baku 1 µg/ml As
Pipet 1 ml larutan baku arsen 100 µg/ml ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air suling hingga tanda garis;
- j. Larutan baku kerja As
Pipet masing-masing 1,0 ml ; 2,0 ml ; 3,0 ml ; 4,0 ml ; dan 5,0 ml larutan baku 1 µg/ml As ke dalam labu ukur 100 ml. Encerkan dengan air suling hingga tanda garis kemudian kocok hingga larutan homogen. Larutan baku kerja ini mempunyai konsentrasi 0,01 µg/ml; 0,02 µg/ml; 0,03 µg/ml; 0,04 µg/ml; dan 0,05 µg/ml As.

7.5.3.3 Peralatan

- a. Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang dilengkapi dengan lampu katoda As dan generator uap hidrida (HVG);
- b. Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- c. Labu ukur 100 ml dan 500 ml;
- d. Gelas piala 400 ml.

7.5.3.4 Cara uji

- a. Timbang dengan teliti 10 g contoh, masukkan ke dalam gelas piala 400 ml, larutkan dengan 100 ml air suling, asamkan dengan HNO₃ pekat sampai pH <2, masukkan ke dalam labu ukur 500 ml, dan encerkan sampai tanda garis. Kocok sampai larutan homogen;
- b. Siapkan larutan blanko dan larutan kerja dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- c. Tambahkan larutan pereduksi NaBH₄ ke dalam larutan kerja As, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat HVG;
- d. Baca absorbans larutan kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 193,7 nm;
- e. Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/ml) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- f. Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi;
- g. Hitung kadar As dalam contoh.

7.5.3.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan arsen (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

Keterangan:

- C* adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter (µg/ml);
- V* adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (ml);
- W* adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g);
- fp* adalah faktor pengenceran.

8 Syarat lulus uji

Garam bahan baku untuk garam konsumsi beriodium dinyatakan lulus uji apabila memenuhi persyaratan mutu sesuai Pasal 4.

9 Penandaan

Produk diberi penandaan berat bersih garam (netto). Misal untuk garam karungan 50 kg, maka berat netto garam adalah 50 kg.

10 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi, aman selama pengangkutan dan penyimpanan. Karung bekas yang telah digunakan untuk pupuk, semen atau bahan kimia lainnya tidak boleh digunakan untuk pengemasan. Bahan kemasan karung untuk isi bersih 50 kg berupa karung dari jenis plastik Polipropilene (PP).



Bibliografi

EuSalt/AS 012-2005. *Sodium Chloride-Analytical Standard Determination of Total Mercury Flameless Atomic Absorption Spectrometric Method*

JIS K 1408-1966, *Sodium silicate*

Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia No. HK.00.06.1.52.4011 Tahun 2009 tentang Penetapan Batas Maksimum Cemaran Mikroba dan Kimia dalam Makanan

Standard Methods For The Examination of Water and Wastewater. 2005. *American Public Health Association; American Water Works Association; Water Environment Federation. 21st Ed. Washington DC, APHA, 4500-Cl B. Argentometric Method*

Standard Methods For The Examination of Water and Wastewater. 2005. *American Public Health Association; American Water Works Association; Water Environment Federation. 21st Ed. Washington DC, APHA, 4500-H⁺, pH Value, B. Electrometric Method*



Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komite Teknis perumus SNI

Komite Teknis 71-02 Garam

[2] Susunan keanggotaan Komite Teknis perumus SNI

Ketua : Muhammad Khayam
Sekretaris : Abdullah A. B. (2015-2016)
Sutijono Ontorikso (2014)
Anggota : Retno Yunilawati
Setiadi
Yeni Restianti
Sularsi
Wahyudi
Agus Tonny Winarko
Arya Yudistira
Sanny Tan
Bambang Marwoto
Bambang Srijanto
Buchari A.K
Warsiti
Thamrin T

[3] Konseptor rancangan SNI

Ali Mahdi

[4] Sekretariat pengelola Komite Teknis perumus SNI

Direktorat Industri Kimia Hulu
Direktorat Jenderal Industri Kimia, Tekstil dan Aneka
Kementerian Perindustrian